

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-296973

(43)Date of publication of application : 21.10.2004

(51)Int.Cl.

H01F 1/06
H01F 1/053

(21)Application number : 2003-089965

(71)Applicant : MACHIDA KENICHI

(22)Date of filing : 28.03.2003

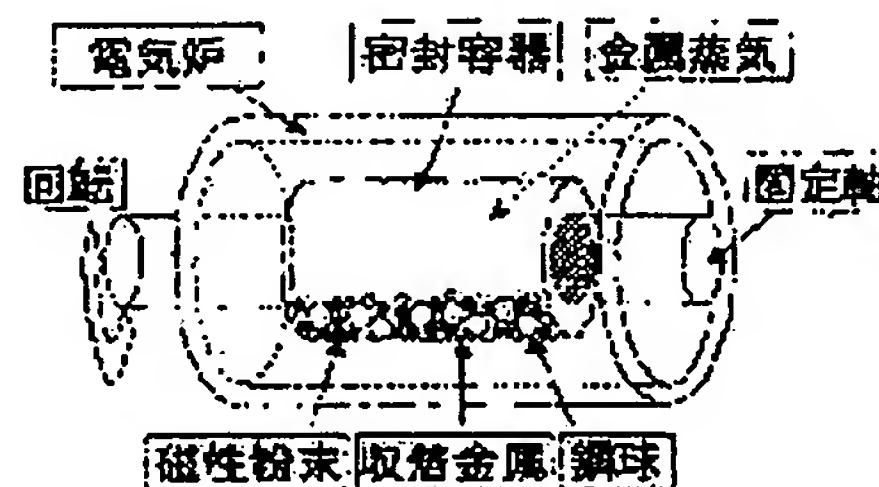
(72)Inventor : MACHIDA KENICHI
HORIKAWA TAKASHI
ITO MASAHIRO

(54) MANUFACTURE OF RARE-EARTH MAGNET OF HIGH PERFORMANCE BY METAL VAPOR DEPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a manufacturing method of a rare-earth magnet using a metal vapor deposition by which remarkable deterioration of magnet characteristics caused by defects, oxidization, strain or the like induced by forming, such as cutting, grinding or the like, of an Nd-Fe-B based intermetallic compound sintered magnet is prevented and improved, and a problem involved in use such as a micromagnet and a powder (used as a bonded magnet) is solved making use of effects inherent in the rare-earth metal.

SOLUTION: The rare-earth metal is deposited in a formed material or the powder of the Nd-Fe-B based intermetallic compound sintered magnet. The even rare-earth metal of a desired quantity is preferentially introduced to a surface and a grain-boundary phase due to reaction affinity between components constituting the magnet and rare-earth metal vapor, by which the fine and micro-formed material or the powder of high performance for the Nd-Fe-B based sintered magnet is manufactured.



書誌

(19)【発行国】日本国特許庁(JP)
(12)【公報種別】公開特許公報(A)
(11)【公開番号】特開2004-296973(P2004-296973A)
(43)【公開日】平成16年10月21日(2004. 10. 21)
(54)【発明の名称】金属蒸気収着による高性能希土類磁石の製造
(51)【国際特許分類第7版】

H01F 1/06
H01F 1/053

【FI】

H01F 1/06 A
H01F 1/04 H

【審査請求】未請求
【請求項の数】8
【出願形態】OL
【全頁数】10
(21)【出願番号】特願2003-89965(P2003-89965)
(22)【出願日】平成15年3月28日(2003. 3. 28)
(71)【出願人】
【識別番号】300011416
【氏名又は名称】町田 憲一
【住所又は居所】大阪府箕面市栗生間谷西1丁目4番地 グリーンヒル東箕面5棟401号室
(72)【発明者】
【氏名】町田憲一
【住所又は居所】大阪府箕面市栗生間谷西1丁目4番グリーンヒル東箕面5棟401号室
(72)【発明者】
【氏名】堀川高志
【住所又は居所】大阪府池田市神田1-5-5ハイツ千代田1F東端
(72)【発明者】
【氏名】伊東正浩
【住所又は居所】兵庫県西宮市江上町2-12-203号室
【テーマコード(参考)】

5E040

【Fターム(参考)】

5E040 AA04 BC01 CA01 HB11 HB14

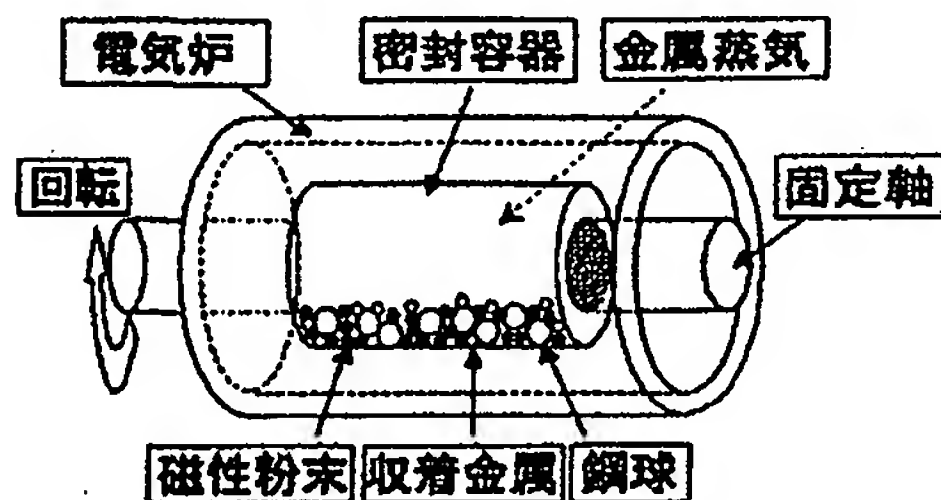
要約

(57)【要約】
【課題】Nd-Fe-B系金属間化合物焼結磁石は、切断、研削等の成形加工により誘発される欠陥、酸化、ひずみ等により磁気特性が大幅に低下し、微小磁石や粉末としての利用(後者はボンド磁石として)に課題を有していた。これに対し、希土類金属は上記の欠陥部位を解消する効果があり、該磁石表面ならびに界面へ希土類金属を均一かつ所望量導入し、低下した磁気特性を回

復または向上させる収着技術の確立が望まれる。

【解決手段】本発明は、希土類金属をNd-Fe-B系金属間化合物焼結磁石成形体または粉末に収着することで、上記の課題を解決する製造法を提供する。すなわち、磁石を構成する成分と希土類金属蒸気との反応親和性により、均一かつ所望量の希土類金属を表面および粒界相に優先的に導入でき、これにより高性能でかつ微小、微細なNd-Fe-B系焼結磁石成形体または粉末の製造が可能となる。

【選択図】図1



請求の範囲

【特許請求の範囲】

【請求項1】

Nd-Fe-B系金属間化合物磁性材料に対する磁気特性向上処理として、磁性材料と収着金属源となる希土類金属のうち少なくとも1種以上の金属インゴットまたは粉末とを、重量比(磁石/収

着金属)として1から50質量%の混合状態で耐熱密封容器内に減圧(10^{-2} Torr以下が望ましい)封入後、酸素または水などの酸素源または窒素、二酸化炭素等の窒素及び炭素源を極力含まない雰囲気下で均一に加熱することにより、該希土類金属を原子状またはクラスター状に気化させ、これを所望の形態のNd-Fe-B系磁性材料粉末または成形体表面に供給し、該磁性材料を構成する成分と収着金属との反応親和性を利用して磁性材料表面に収着金属を均一に被着させ、更には収着金属を磁性材料内部へ粒界に沿って拡散させることで、該磁性材料表面の修復および磁性材料内部組織の粒界相の形成および改質を行なうことを特徴とする、高い磁気特性を有するNd-Fe-B系金属間化合物磁性材料を製造する方法。

【請求項2】

請求項1において、収着金属源を希土類金属のうち少なくとも1種以上を成分として含む合金または金属間化合物インゴットもしくは粉末を、重量比(磁石/収着金属)として1から50質量%の混合状態で、所望の形態のNd-Fe-B系磁性粉末または成形体とを耐熱容器内に混合状態で封入した後、減圧下で当該金属が気化するのに十分な温度で均一に加熱することで原子状またはクラスター状の金属蒸気として磁性粉末または成形体表面に供給し、該磁性材料と収着金属との反応親和性を利用して磁性材料表面に当該金属を均一に析出させ、また収着金属を磁性材料内部へ拡散させることで、該磁性材料表面の修復および磁性材料内部組織の粒界相の形成および改質を行なうことを特徴とする、高い磁気特性を有するNd-Fe-B系金属間化合物磁性材料を製造する方法。

【請求項3】

Nd-Fe-B系金属間化合物磁性材料に対する磁気特性向上処理として、磁性材料と収着金属源となる揮発性の希土類金属、すなわちYb、Eu、Smのうち少なくとも1種以上の金属インゴットまたは粉末とを、重量比(磁石/収着金属)として1から50質量%の混合状態で耐熱密封容器内に

減圧(10^{-2} Torr以下が望ましい)封入後、酸素または水などの酸素源または窒素、二酸化炭素等の窒素及び炭素源を極力含まない雰囲気下で均一に加熱することにより、該希土類金属を原子状またはクラスター状に気化させ、これを所望の形態のNd-Fe-B系磁性材料粉末または成

形体表面に供給し、該磁性材料を構成する成分と収着金属との反応親和性を利用して磁性材料表面に収着金属を均一に被着させ、更には収着金属を磁性材料内部へ粒界に沿って拡散させることで、該磁性材料表面の修復および磁性材料内部組織の粒界相の形成および改質を行なうことを特徴とする、高い磁気特性を有するNd-Fe-B系金属間化合物磁性材料を製造する方法。

【請求項4】

請求項1において、収着金属源を揮発性の希土類金属、すなわちYb、Eu、Smのうち少なくとも1種以上を成分として含む合金または金属間化合物インゴットもしくは粉末を、重量比(磁石／収着金属)として1から50質量%の混合状態で、所望の形態のNd-Fe-B系磁性粉末または成形体とを耐熱容器内に混合状態で封入した後、減圧下で当該金属が気化するのに十分な温度で均一に加熱することで原子状またはクラスター状の金属蒸気として磁性粉末または成形体表面に供給し、該磁性材料と収着金属との反応親和性を利用して磁性材料表面に当該金属を均一に析出させ、また収着金属を磁性材料内部へ拡散させることで、該磁性材料表面の修復および磁性材料内部組織の粒界相の形成および改質を行なうことを特徴とする、高い磁気特性を有するNd-Fe-B系金属間化合物磁性材料を製造する方法。

【請求項5】

請求項3および4において、収着源の金属として最低沸点希土類金属であるYbを用い、これと所望の形態のNd-Fe-B系磁性粉末または成形体との混合物を石英容器内に真空封入後、550から850℃で30から120分間、均一に加熱することで、Ybと該磁性粉末とのNd-Fe-B系金属間化合物を粉末表面および粒界に形成せしめた、高い磁気特性を有するNd-Fe-B系金属間化合物磁性材料を製造する方法。

【請求項6】

上記の全ての請求項において、Nd-Fe-B系金属間化合物磁性材料表面に希土類金属を収着により被着し、また該磁性材料内部へ金属を拡散させた後、そのまま耐熱密封容器内の温度を変化させ熱処理を行なう、2段階もしくはそれ以上の複数の段階で処理を施すことで、表面に析出した収着金属の磁性材料表面近傍での更なる反応および磁性材料内部への拡散を促すことで、磁気特性をより向上せしめたNd-Fe-B系金属間化合物磁性材料を作製する方法。

【請求項7】

上記の請求項6において、Nd-Fe-B系金属間化合物磁性材料表面に、低沸点のYb、EuまたはSm金属を収着により被着し、また該磁性材料内部へ金属を拡散させた後、そのまま耐熱密封容器内の温度を変化させ熱処理を行なう、2段階もしくはそれ以上の複数の段階で処理を施すことで、表面に析出した収着金属の磁性材料表面近傍での更なる反応および磁性材料内部への拡散を促すことで、磁気特性をより向上せしめたNd-Fe-B系金属間化合物磁性材料を作製する方法。

【請求項8】

上記の全ての請求項において、Nd-Fe-B系磁性粉末に希土類金属を収着することで、表面に存在するクラックなどの欠陥部位が修復され、また希土類金属の粒界への拡散の過程において逆磁区の芽となる核形成点を取り除かれることで、Nd-Fe-B系金属間化合物磁性材料の保磁力を向上せしめる方法。

詳細な説明

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、低融点金属であるYbの蒸気をNd-Fe-B系焼結磁石バルク体および粉末へ収着し、磁化および保磁力を向上または回復させることで、高性能永久磁石を製造する技術に関する。

【0002】

【従来の技術】

Nd-Fe-B系希土類焼結磁石は、永久磁石の中で最も高い性能を有しており、ハードディスクドライブのボイスコイルモータ(VCM)や磁気断層撮影装置(MRI)用の磁石回路などに幅広く使用

されている。ここで、Nd-Fe-B焼結磁石は $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 主相粒子の周囲にNd金属に富んだ粒界層をもつ微細組織から成り立っており、これにより高い保磁力を発現させることで、高い磁気エネルギーを示すことになる。

【0003】

一方、焼結磁石を小型モータ等の部品として使用する場合、切断、研削等の成形加工によって使用機器へ装着される。従って、この際微小な研削クラック、酸化劣化、ひずみ等により、該Nd-Fe-B系金属間化合物磁石表面層のNd金属に富んだ粒界層(Ndリッチ相)が損傷を受け、磁石性能は表面積／バルク比が大きければ大きい程、すなわちサイズが微細で表面粗度(ラフネスファクター)が大きい程、Nd-Fe-B系金属間化合物本来の磁気特性から大きくかけ離れた低い磁気特性しか示さないことになる。

【0004】

上記の問題を解決するために、成形加工によって誘起された欠陥構造、ひずみ等を効果的に解消する必要があり、表面および界面で損傷を受けたNdリッチ相への希土類金属の導入が有効となる。

【0005】

これに対して、例えば特許文献1では、成形・加工によって磁石に生じた劣化部位を修復するために、磁石表面に希土類金属を物理的手法、すなわちスパッタ法、真空蒸着法、イオンプレーティングにより被着後、加熱により表面ならびに内部へ拡散、合金化させる方法が提案されている(特許文献1)。特にこの技術は、厚さ1.0mm以下のNd-Fe-B系金属間化合物微小または薄板焼結磁石に有効であり、成形・加工処理により低下した保磁力を中心に回復することが可能となる。しかしながら、複雑な立体的形状を有する成形体または粉末に関しては、上記の物理的成膜法では均一に希土類金属を磁石表面に被着させることはできないと言う欠点を有している。

【0006】

他方、複雑な形状を有する固体材料の表面に均一かつ所定量の金属を被着させる方法として収着法があり、この場合、収着成分と固体材料の構成成分との化学的親和性または反応性が駆動力となり、収着成分の表面への被着ならびに固体内部への拡散、合金化、固溶化、化合物形成などが進行する。例えば、Nd-Fe-B系金属間化合物磁性材料に関しては、特許文献2で提案されているZn等の低揮発性金属の収着に関する事例がある。この場合、Zn等の金属を該Nd-Fe-B系金属間化合物磁性材料表面に収着することでFe-Zn系金属間化合物が形成され、異方性HDDR粉末では良好な耐候性が発現することになる。しかしながら、磁石それ自身の磁気特性へ及ぼす直接的な効果見られず、Nd-Fe-B系金属間化合物焼結磁石では逆に、Znの収着により磁気特性は低下する。

【0007】

【特許文献1】

特開昭62-74048号(特公平6-63086号)公報

【0008】

【特許文献2】

特開昭2002-105503号

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

Nd-Fe-B系金属間化合物磁性材料に対しては、特許文献1にあるように、希土類金属の物理的被着ならびに引き続く加熱処理により磁気特性が回復するものの、複雑な形状を有する成形体ならびに粉末に対しては有効ではない。特に、用いられる被着法では希土類金属が非平衡状態で供給されるため、磁性材料表面に希土類金属を均一に被着することは不可能である。

【0010】

また、上記の低融点金属であるZn金属の収着では、Nd-Fe-B系金属間化合物磁性材料に対し、酸化劣化に基づく耐候性は付与できるものの、成形加工や粉砕によって供給される該磁性材料の成形体バルクまたは粉末の磁気特性、とりわけ保磁力を回復または向上させることはできない。

【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、希土類金属を通常の抵抗加熱および高周波誘導加熱により気化、収着させることで、Nd-Fe-B系金属間化合物磁性材料表面および表面近傍内部のNd₂Fe₁₄B主相粒子表面および界面に発生した欠陥部位を効果的に修復または改質し、磁気特性を向上せしめる手法を確立した。

【0012】

【発明の実施の形態】

以下に本発明の好ましい実施の形態を示す。図1に、本発明で用いる収着用減圧容器を示す。

【0013】

まず、減圧容器は収着する温度領域ならびに加熱方法により、使用する容器の材質と形状、ならびに真空シールやバルブ等が異なる。特許文献1に記載されているZn金属の場合は、沸点が907℃とかなり低いため、真空封入した容器を350℃で均一に加熱することで、所望のZn金属の収着をNd-Fe-B系金属間化合物磁性材料に施すことができる。従って、この場合は通常のホウケイ酸ガラスやステンレス容器を用いて収着を行うことができる。なお、後者の場合には、アルミニウム製真空シール材ならびに耐熱性真空バルブをフランジ部、真空排気導出管部等に使用するとよい。また、加熱方式は抵抗性を用いた外部加熱で十分である。

【0014】

一方、希土類金属の場合、Yb、EuおよびSmは沸点が、それぞれ1193℃、1597℃および1791℃と比較的気化し易く、特にYbの場合はガラスまたはステンレス容器中550℃程度の温度域で収着を行うことができる。しかしながら、十分な収着を行うためには石英ガラス製の容器を使用することが望ましい。すなわち、Yb、EuおよびSmとも、800から850℃で良好に収着が進行し、最も良い磁気特性が観察される。

【0015】

一方、上記以外の希土類金属の場合、沸点が2000℃付近またはそれ以上となり、通常の抵抗加熱による外部加熱では十分に加熱することができない。そこで、図1に示す減圧容器の外側に高周波加熱用のコイルを設置し、これによりDy、Tb、Nd、Pr等の高沸点希土類金属の収着を行う。この場合、容器としては石英ガラスの他にアルミナなどのセラミックスがもちいられるが、真空漏れ等を考慮すると石英ガラスが望ましい。なお、この場合、収着される希土類金属は塊状のものが使用され、減圧容器の中心部に設置される。また、Nd-Fe-B系金属間化合物磁石は誘導加熱されない粉末または微小なバルク形状のものが好ましく、容器外周部に沿って導入される。

【0016】

次に、容器へ導入するNd-Fe-B系金属間化合物磁性材料であるが、収着の効率の点では表面粗度が高いもの程効率よく金属が被着される。従って、粉末の場合は収着時間も短縮でき、Yb金属の場合は60～90分程度の加熱で十分必要量のYb金属が収着でき、所望の磁気特性を実現できる。しかしながら、粉末の場合が粒子同士が凝集するため、鋼球などを入れると共に容器を回転させることが望ましい。他方、高沸点希土類金属に適用される高周波加熱方式の場合は、収着金属ののみを所定の温度まで加熱し、Nd-Fe-B系金属間化合物磁性材料は700～850℃に保つことが望ましい。また、容器内へ鋼球を入れることは望ましくない。

【0017】

一方、減圧容器内の真空度は 10^{-2} Torr程度でも十分であるが、願わくば真空度は高い方が望ましい。また、容器内の残存雰囲気には、酸素、水、窒素、二酸化炭素等の酸素源、窒素源および炭素源となるガスが極力含まれないことが望ましく、通常、減圧容器等は清浄雰囲気(例えばArガス)に保たれたグローブボックス中で取り扱うとよい。

【0018】

【実施例】

以下、本発明を実施例に従って詳細に説明する。

実施例1

請求項2に記載の収着法を用いて希土類磁性材料のNd-Fe-B系に対して被膜金属源をYb粉末とし、実施した例を以下に示す。

【0019】

Nd-Fe-B系磁性材料は、望ましくは不活性ガスであるアルゴン雰囲気下で乳鉢を用い粉碎することで、酸化を受けにくい粉碎が可能となり、酸素含有量が少ない微粉末を作製することができる。

【0020】

作製したNd-Fe-B系磁性微粉末に対して25重量%程度のYb金属を混合し、石英容器に導入する。この際、これらの混合粉末と共に鋼球を石英容器内に導入することで、収着処理過程で生じる粉末間の凝集を効果的に抑制することができ、より均一な被膜を磁石粉末表面に形成することが可能となる。

石英容器内は 10^{-2} Torr程度の真空度でもYb金属の収着に問題はないが、 1×10^{-6} Torr程度まで真空排気した後、封管するのが望ましい(図1参照)。この場合、排気により実現する真空の質、すなわちより高い真空度ならびに残存雰囲気中への酸素および水素蒸気濃度が低い程、収着処理時に磁性材料が酸化劣化されることを回避できる。

【0021】

真空封管した石英容器全体を電気炉中に入れ(図1参照)、550から850°Cの種々の温度で、90分間均一に加熱することでYb金属を気化させ、このYb蒸気中にNd-Fe-B系磁性微粉末を曝すことで、その表面へのYb金属の析出および内部へのYb拡散を促す。また、その後引き続き請求項4に記載の手法に従い610°Cにおいて60分間均一化処理することで、Yb金属成分の更なる粒界への拡散を促進せしめる。

【0022】

収着処理を施したYb/Nd-Fe-B系磁性微粉末の残留磁束密度Brならびに保磁力Hcj、最大エネルギー積(BH)maxに対する収着処理温度依存性を図2に示す。また、収着処理を施したYb/Nd-Fe-B系磁性微粉末の減磁曲線を図3に示す。請求項2に記載の収着法を用いて収着処理を施し、その後引き続き請求項4に記載の手法に従い熱処理を施したYb/Nd-Fe-B系磁性微粉末の磁気特性は、収着処理温度を上昇させることで向上した。本発明では、保磁力Hcjの向上はYb金属の沸点(1193°C)のおよそ半分である550°Cで既に見られ、600°C以上ではより顕著となる。更に800°Cにおいて処理することで磁気特性の向上は最高となり、残留磁束密度

Br=0.98(T)、保磁力Hcj=712(kA/m)、最大エネルギー積(BH)max=173(kJ/m³)と非常に高い値が得られることが明らかとなった(表1参照)。

【0023】

【表1】

試料	処理温度 (°C)	Br (T)	Hcj (kA/m)	(BH)max (kJ/m ³)	Hk/Hc (%)
比較試料	未処理	0.95	227	48.8	16.9
試料 1	550	1.04	294	76.1	23.4
試料 2	600	1.16	312	103	33.2
試料 3	710	1.08	502	163	48.3
試料 4	800	0.98	712	173	69.1
試料 5	850	1.01	490	147	49.6

【0024】

実施例2

実施例1と同様の手法を用い、収着温度を710℃と固定し、収着処理時間を30、60、90、120分と変化させて収着処理を施し、その後引き続き請求項4に記載の手法に従い610℃において60分間均一に熱処理を施したYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末の残留磁束密度Brならびに保磁力Hcj、最大エネルギー積(BH)maxの値の処理時間による変化を図4に示す。

【0025】

請求項2に記載の収着法を用いて収着処理を施し、その後引き続き請求項5に記載の手法で熱処理を施したYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末の磁気特性は、収着処理時間を長くすることで向上した。これは、粉末表面および粒界内部へのYb金属の拡散が時間と共に進行し、この過程において磁性微粉末表面の酸化、欠陥、ひずみ等に起因する劣化部位が修復され、また粉末内部では逆磁区の芽となるような軟磁性体による核形成点を取り除かれるためである。90分と120分では磁気特性の向上はほぼ同程度であり、90分の収着処理で十分な特性の向上が得られることが明らかとなった。

【0026】

図5に収着処理時間を60分間として処理を施した、磁性微粉末の断面の走査型電子顕微鏡(SEM)写真を示す。電子プローブX線マイクロアナライザ(EPMA)観察により、導入されたYb金属は磁性微粉末の表面付近でNdおよびFeと金属間化合物を形成し、また磁性微粉末の粒界に沿って内部まで拡散していることが明らかとなった。

【0027】

実施例3

実施例1と同様の手法を用い、被膜金属源のYbを導入を行わず、Nd－Fe－B系磁性微粉末に対して温度処理をまず710℃、90分で行ない、その後引き続き610℃、60分で熱処理を施した試料を作製した(試料6)。また、被膜金属源のYbを導入してNd－Fe－B系磁性微粉末に対して同じ温度・時間で収着処理および熱処理を施した試料を作製し(試料7)、処理後の両試料の磁気特性の比較を行なった。

【0028】

表2に本実施例で得られた処理後のYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末の磁気特性を示す。金属源をYbとして処理を施したYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末(試料7)の磁気特性は、金属源のYbの導入を行なわなかった場合(試料6)に比べて、著しく向上している。この結果より、請求項2に記載の収着法を用い、金属源をYbとして処理を施すことで、高い磁気特性を有するYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末が得られることが明らかとなった。

【0029】

【表2】

試料	Br (T)	Hcj (kA/m)	(BH)max (kJ/m ³)	Hk/Hc (%)
試料 6	1.06	294	76.1	23.4
試料 7	1.08	502	163	48.3

【0030】

実施例4

実施例1と同様の手法を用い、Nd－Fe－B系磁性微粉末に対して収着処理のみを710℃、90分で施した試料を作製した(試料8)。また、実施例1と同様の手法を用い、Nd－Fe－B系磁性微粉末に対して収着処理を710℃、90分で行ない、その後引き続き請求項4に記載の手法に従い610℃、60分で熱処理を施した試料を作製し(試料9)、処理後の両試料の磁気特性の比較を行なった。

【0031】

表3に本実施例で得られた処理後のYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末の磁気特性を示す。請求項2に記載の収着法を用いて処理を施し、その後引き続き請求項5に記載の手法に従い熱処理を施したYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末(試料9)の磁気特性は、請求項5に記載の手法による熱処理を行なわなかった場合(試料8)に比べて、向上している。この結果より、請求項2に記載の収着法を用い、金属源をYbとして処理を施し、その後引き続き請求項4に記載の手法で熱処理を施すことで、より高い磁気特性を有するYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末が得られることが明らかとなった。

【0032】

【表3】

試料	Br (T)	Hcj (kA/m)	(BH)max (kJ/m ³)	Hk/Hc (%)
試料 8	1.06	442	152	51.0
試料 9	1.08	502	163	48.3

【0033】

実施例5

外径0.9mm、内径0.3mm、長さ10mmの円筒状のNd－Fe－B系焼結磁石成形体を、25重量%となるようにYb金属粉末と共に石英ガラス管に真空封入し、710℃で90分間Yb金属を収着した。更に、この試料を取り出し、酸素および水分濃度を数ppm以下に調整したAr雰囲気中の真空グローブボックス中、900℃で10分間熱処理後、610℃で20分間アニール処理を行なった(この試料を試料10とする)。得られた試料10の磁気特性を未処理の試料(比較試料)のそれと共に表4に示す。

【0034】

表4に本実施例で得られた処理後のYb／Nd－Fe－B系焼結磁石成形体の磁気特性を示す。円筒状のNd－Fe－B系焼結磁石成形体の磁気特性は、磁化および保磁力についてはあまり変化が見られなかったが、角型性Hk／Hcの向上が顕著に見られ、その結果として最大エネルギー積が大きく向上した。この結果より、Yb金属による収着処理は円筒状のNd－Fe－B系焼結磁石成形体に対しても磁気特性向上の効果があることが明らかとなった。

【0035】

【表4】

試料	Br (T)	Hcj (kA/m)	(BH)max (kJ/m ³)	Hk/Hc (%)
比較試料	1.35	1090	283	43.0
試料 10	1.36	1040	326	62.1

【0036】

実施例6

実施例1と同様の手法を用い、被膜金属源としてEu用い、Nd－Fe－B系磁性微粉末に対して温

度処理をまず850℃、90分で行ない、その後引き続き610℃、60分で熱処理を施した試料を作製した(試料11)。同様に、被膜金属源としてSmを用いた試料を作製し(試料12)、被膜金属源としてYbを用いて作製した比較試料(実施例1の試料5)との処理後の試料の磁気特性の比較を行った。

【0037】

表5に本実施例で得られた処理後のYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末の磁気特性を示す。同じ温度および時間でYb収着した比較試料と比べ、Eu収着した試料11およびSm収着した試料12では、磁気特性の向上はYb程ではなかったが、未処理の粉末と比較するとどちらの場合も磁気特性は向上している。これは850℃はEuおよびSm金属が蒸気となるにはやや低い温度であるためと考えられ、より高い温度で収着処理をすることにより、大きな磁気特性の向上が期待できる。

【0038】

【表5】

試料	Br (T)	Hcj (kA/m)	(BH)max (kJ/m ³)	Hk/Hc (%)
比較試料	1.01	490	147	49.6
試料 11	0.96	314	79.6	33.9
試料 12	0.99	323	85.2	35.6

【0039】

【発明の効果】

以上述べたように、低沸点の希土類金属、すなわち、Yb、EuまたはSmを、本発明で確立した収着法によりNd－Fe－B系金属間化合物焼結磁性材料の微小成形体または粉末表面に効率よく収着することができる。これにより、磁気特性を大幅に回復または向上させることができる。高い磁気特性を有するNd－Fe－B系金属間化合物焼結磁性材料の微小成形体は、小型モータ用永久磁石を始めとする各種機能機器用に用いられ、機器の性能の更なる向上を通して応用製品の高機能、高性能化に資するだけでなく、電子機器等の省電力化に貢献する。また、工場内で発生する、もしくは、使用済み機器から回収される磁石スクラップの再生に際して、異方性磁石粉末として再生することで、高性能でかつ高耐候性な異方性ボンド磁石として再利用できると期待される。

【0040】

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明における収着法に用いた装置の概要図である。

【図2】収着法を用い、Yb金属蒸気で処理を施したYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末の残留磁束密度Brならびに保磁力Hcj、最大エネルギー積(BH)maxの処理温度に対する依存性である。図中の点線は未処理のNd－Fe－B系磁性微粉末における値である。

【図3】収着法を用い、Yb金属蒸気で処理を施したYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末の減磁曲線である。

【図4】収着法を用い、Yb金属蒸気で処理を施したYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末の残留磁束密度Brならびに保磁力Hcj、最大エネルギー積(BH)maxの処理時間に対する依存性である。図中の点線は未処理のNd－Fe－B系磁性微粉末における値である。

【図5】収着法を用い、Yb金属蒸気で710℃において60分間処理を施したYb／Nd－Fe－B系磁性微粉末断面のSEM写真である。

図の説明

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明における収着法に用いた装置の概要図である。

【図2】収着法を用い、Yb金属蒸気で処理を施したYb/Nd-Fe-B系磁性微粉末の残留磁束密度Brならびに保磁力Hcj、最大エネルギー積(BH)maxの処理温度に対する依存性である。図中の点線は未処理のNd-Fe-B系磁性微粉末における値である。

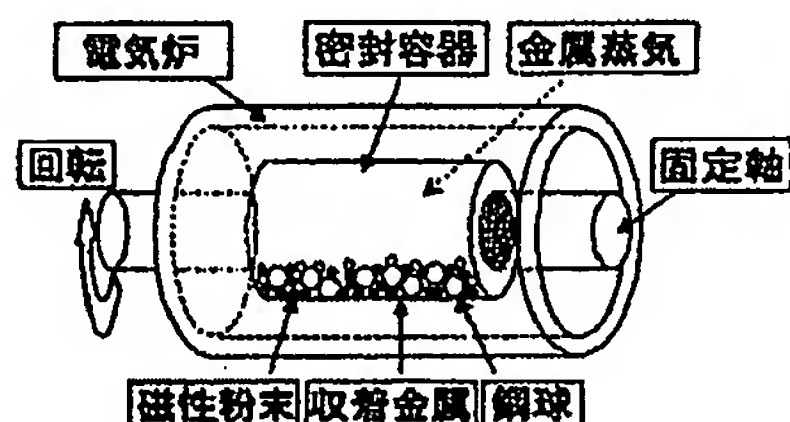
【図3】収着法を用い、Yb金属蒸気で処理を施したYb/Nd-Fe-B系磁性微粉末の減磁曲線である。

【図4】収着法を用い、Yb金属蒸気で処理を施したYb/Nd-Fe-B系磁性微粉末の残留磁束密度Brならびに保磁力Hcj、最大エネルギー積(BH)maxの処理時間に対する依存性である。図中の点線は未処理のNd-Fe-B系磁性微粉末における値である。

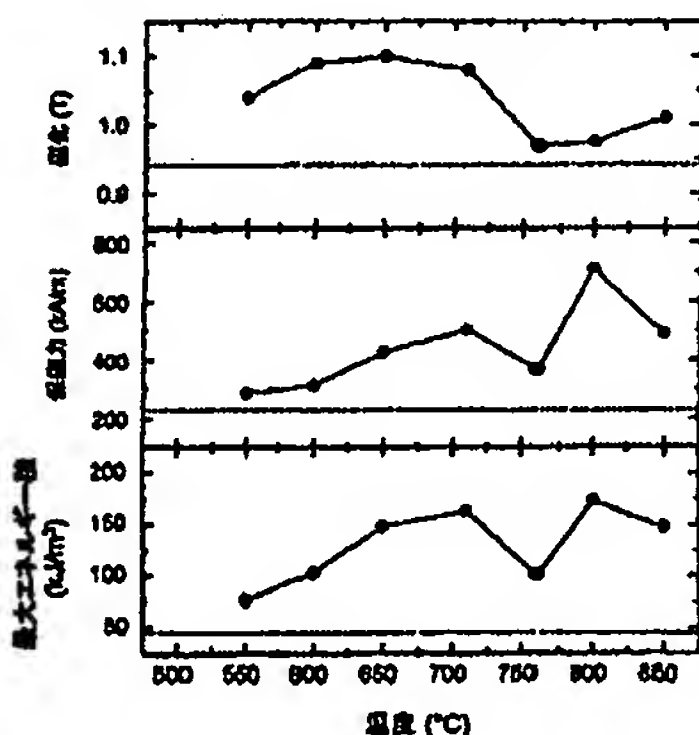
【図5】収着法を用い、Yb金属蒸気で710℃において60分間処理を施したYb/Nd-Fe-B系磁性微粉末断面のSEM写真である。

図面

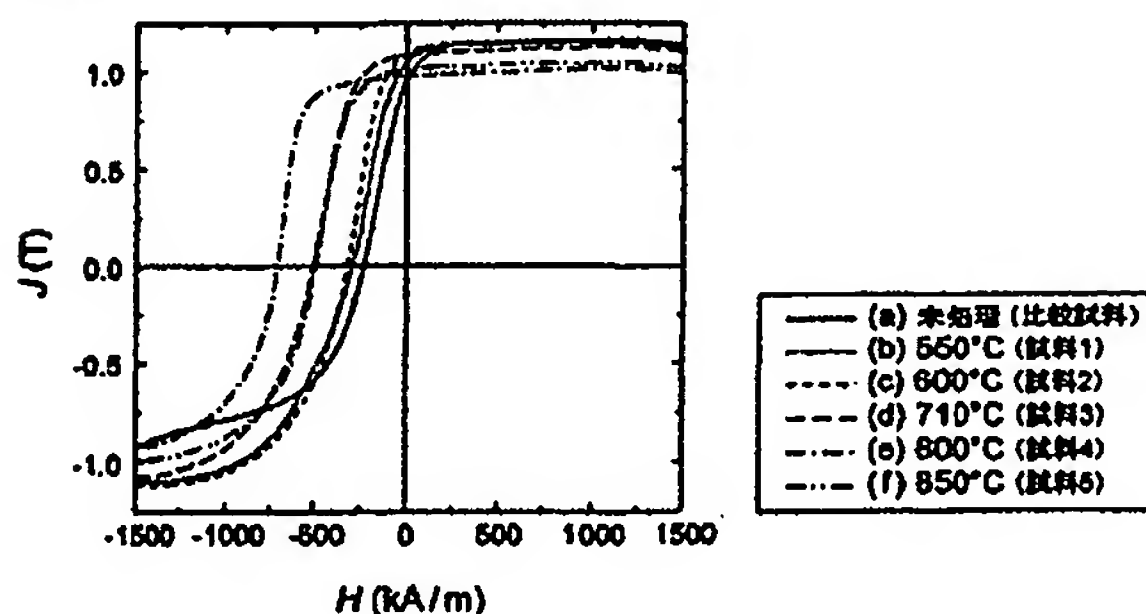
【図1】



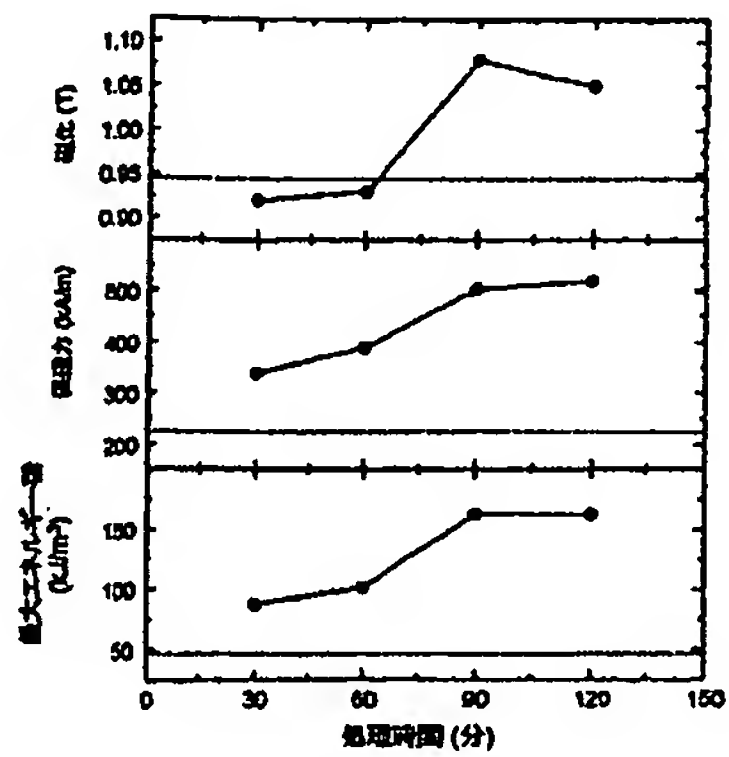
【図2】



【図3】



【図4】



【図5】

